SNI 06-2103-1991

Standar Nasional Indonesia

Iso heksana teknis

ICS 71.080.15

UDC. 547.45

ISO HEKSANA TEKNIS

SII. 0687 - 82

REPUBLIK INDONESIA
DEPARTEMEN PERINDUSTRIAN

DAFTAR ISI

ISO HEKSANA TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan, cara pengemasan dan cara penyimpanan iso heksana teknis.

2. DEFINISI

Iso heksana teknis (2-methyl pentana) teknis adalah senyawa hidro karbon dengan rumus kimia C_6H_{14}, berbentuk cair, jernih tak berwarna, mudah terbakar, dan digunakan untuk industri.

3. SYARAT MUTU

Kemurnian, % berat	96
Bobot jenis, pada 15/15°C	0,6690 – 0,6700°C
Warna, saybolt	minimum + 25
Korosi lempeng tembaga	skala warna
Doctor test	negatip
Kadar senyawa aromatik, % vol	maksimum 3
Penyulingan :	
Titik didih awal, °C	± 58°C
Titik kering, °C	maksimum 65°C
Titik nyala, °C	– 26 °C

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh disesuaikan dengan SII. 0427 – 81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat.*

5. CARA UJI

5.1. Kemurnian, % Berat

5.1.1. Prinsip

Kemurnian dapat dihitung dari angka freezing point komponen-komponen utama contoh, freezing point impurities dan tetapan cryoscopic yang digunakan.

Kemurnian contoh dapat dihitung dengan rumus :

$$\ln N_1 = -\ln(1 - N_2) = A(t_1^o - t_1)[1 + B(t_1^o - t_1) + \ldots\ldots\ldots] \quad (1).$$

dimana :

N_1 = fraksi molar komponen utama

N_2 = $(1 - N_1)$
= jumlah fraksi molar semua komponen-komponen lain

t_1 = freezing point (dalam derajat Celcius) substansi, yang komponen utamanya N_1

pada umumnya kristal-kristal komponen dalam kese-imbangan phase cair

t_1^o = freezing point (dalam derajat Celcius) komponen utama (impurities nol)

Jika komponen murni : $N_1 = 1$ atau $N_2 = C$

A = tetapan cryoscopic kedua dalam fraksi molar per derajat.

Persamaan dapat dirubah menjadi :

$$\log_{10} P = 2{,}00000 - (A/2{,}3026)\,(t_1^o - t_1)\,(1 + B)\,(t_1^o - t_1) \quad (2)$$

Dimana :

P = kemurnian komponen utama contoh (dalam % molar).

5.1.2. Peralatan

5.1.2.1. Sampling apparatus (Gambar 1)

Untuk mengalirkan gas-gas cair.

5.1.2.2. Distilling apparatus (Gambar 2 dan 3)

Untuk memisahkan sejumlah kecil polimer dan komponen-komponen dengan titik didih rendah.

Untuk memisahkan sejumlah kecil polimer dari komponen-komponen dengan titik didih mendekati suhu kamar.

5.1.2.3. Vacum distilling apparatus dan transfer traps (Gambar 4)

Untuk memisahkan udara yang terlarut dari polimer utama.

5.1.2.4. Freezing point apparatus

Dengan perlengkapannya.

5.1.3. Bahan-bahan

5.1.3.1. Karbon dioksida padat

Dalam cairan yang sesuai, dianjurkan trikloroethilena.

5.1.3.2. Nitrogen cair atau udara cair

Untuk pendingin

5.1.3.3. Silika gel.

5.1.4. Prosedur

5.1.4.1. Pelaksanaan

Tetapkan freezing point dari melting curve.

Gunakan pengaduk double helix, dengan kolam pendingin yang berisi nitrogen cair (atau udara cair).

Untuk memperoleh campuran yang terdiri dari cairan dan kristal-kristal, gunakan bak pemanas dengan pendingin karbon dioksida pada kecepatan pendinginan 0,3 — 0,8°C per menit, untuk mencapai suhu cairan mendekati freezing point.

Kristalisasi dimasukkan segera di bawah freezing point dengan seeding (inti kristalisasi), dengan menggunakan kristal-kristal.

Kristalisasi dapat juga dilakukan dengan menggunakan kristal-kristal.

Untuk menyiapkan contoh, dinginkan wadah iso heksana sampai mendekati 0°C dan pindahkan kira-kira 65 ml (cairan pada temperatur yang diberikan), pada sebuah gelas ukur yang telah didinginkan sedikit di bawah 0°C.

Contoh sekarang siap dimasukkan ke dalam freezing tube yang akan didinginkan terlebih dulu sampai mendekati – 80°C.

Untuk iso heksana, freezing point untuk impurities nol, dalam udara 1 atmosfier, adalah sebagai berikut :

$t_1^o = -159{,}905 \pm 0{,}015^oC$

dan tetapan cryoscopic adalah :

A = 0,04829 ± fraksi molar/°C dan

B = 0,0058 fraksi molar/°C.

5.1.4.2. Penyimpangan

Penyimpangan nilai kemurnian dihitung menggunakan Tabel I.

5.2. Bobot Jenis, pada 15/15°C

5.2.1. Prinsip

Pengukuran bobot jenis dilakukan dengan menggunakan hidrometer. Hasilnya diamati pada suhu 15°C, dengan menggunakan Tabel.

5.2.2. Peralatan

— Hidrometer
— Termometer
— Tabung contoh.

5.2.3. Prosedur

5.2.3.1. Pelaksanaan

Atur suhu contoh di tabung dengan termometer, hingga mempunyai suhu yang sama.

Tuangkan contoh ke dalam tabung yang bersih dan jaga jangan sampai ada yang memercik ke luar untuk mencegah terjadinya gelembung udara, dan mengurangi penguapan bagian yang ringan sekecil-kecilnya.

Hilangkan gelembung-gelembung udara yang terjadi, dengan cara menyentuh dengan kertas saring yang bersih sebelum dimasukkan hidrometer.

Letakkan tabung contoh tegak lurus di tempat yang bebas dari aliran udara.

Harus dijaga supaya penyimpangan suhu tidak boleh lebih dari —15°C, waktu menyelesaikan pemeriksaan ini.

Masukkan hidrometer perlahan-lahan ke dalam contoh.

Kalau sudah tertahan, tekan sedikit kira-kira dua bagian skala ke dalam contoh, dan lepaskan. Jaga supaya batang bagian atas tetap kering.

Karena kalau ada zat yang menempel padanya, maka akan merubah berat hidrometer, dan akan mempengaruhi

pemeriksaan. Hidrometer tidak boleh menempel pada dinding tabung.

Suhu harus tetap, kemudian baca pembagian skala. Pembacaan skala hidrometer yang benar bila permukaan cairan bertemu (berpotongan) dengan skala tersebut.

Pertemuan ini ditentukan dengan cara memasang mata kita sedikit di bawah cairan, kemudian naikkan perlahan-lahan sampai ke permukaan.

Mula-mula kelihatan sebagai ellips yang serong, kemudian berubah menjadi garis-garis lurus yang memotong skala hidrometer.

Perbedaan suhu sebelum dan sesudah pemeriksaan tidak boleh lebih dari —17,2°C.

5.3. Warna, Saybolt

5.3.1. Prinsip

Sinar dari lampu standar dilewatkan melalui dua tabung vertikal, dan salah satu tabung gelas vertikal itu diisi dengan contoh. Warna sinar yang ke luar dari kedua tabung gelas vertikal dibandingkan. Angka yang ditunjukkan pada skala dapat dibaca.

Catatan :

Warna saybolt adalah suatu angka yang dihubungkan dengan dalamnya kolom contoh.

Warnanya dibandingkan dengan warna standar gelas spesifik.

Kisaran angka antara 1 — 30 untuk warna yang paling terang, dan —16 untuk warna yang paling gelap.

5.3.2. Peralatan

— Saybolt kromometer (Gambar 5)

5.3.3. Penyiapan peralatan

— Bersihkan alat-alat sebelum dipakai.

— Isilah tabung dengan contoh yang akan diperiksa.

— Cocokkan dengan warna standar yang ada dalam tabung yang lain.

— Periksa berapa angka yang ditunjukkan oleh skala.

5.4. Korosi Lempeng Tembaga

5.4.1. Prinsip

Selembar tembaga yang sudah digosok direndam ke dalam contoh, dan dipanasi pada suhu reflux selama 30 menit.

Setelah itu lempeng tembaga tadi diambil, dicuci lalu penampaannya dibandingkan dengan penampaan lempeng tembaga standar korosi.

5.4.2. Peralatan

5.4.2.1. Tabung reaksi dari gelas dengan diameter 20 mm dan panjang 460 mm.

5.4.2.2. Penangas minyak atau air untuk menahan suhu tetap, sedikit di atas titik didih awal dari contoh yang diperleng-

kapi dengan klem untuk memegang tabung reaksi tegak lurus.

5.4.2.3. Thermometer distilasi yang berskala dari minus 1^{o} sampai $405^{o}C$.

5.4.3. Pereaksi dan bahan

5.4.3.1. Pelarut yang tak bersifat koreksi, misalnya iso oktan, normal hektan, atau normal butan.

5.4.3.2. Lempeng tembaga murni lebar 13 mm dan panjang 75 mm.

5.4.3.3. Bahan penggosok, silikon karbid atau kertas gosok alumina dengan bermacam-macam kehalusan, termasuk kertas gosok silikon karbid no. 240; juga butiran silikon karbid berukuran 150 mesh dan kapas halus jenis farmasi (pharmaceutical grade).

5.4.3.4. Lempeng tembaga standar korosi yang merupakan reproduksi dari lempengan dengan ciri seperti tertera pada Tabel II.

Lempeng induk di atas ini harus disimpan di dalam tempat yang kedap udara, sedangkan reproduksinya harus stabil warnanya.

5.4.3.5. Penyediaan lempeng tembaga

1) Penyiapan permukaan

Hilangkan noda atau cacat dari kedua belah permukaan lempeng tembaga, dengan menggosoknya memakai kertas gosok silikon karbid no. 240, sampai goresan dari kertas gosok yang lebih kasar tidak terlihat lagi.

Rendamlah lempeng tembaga ke dalam pelarut yang tidak bersifat korosi. Setelah itu segera diangkat untuk penggosokkan terakhir atau untuk disimpan dan dipergunakan dikemudian hari.

2) Penggosokkan terakhir

Ambilah lempeng tembaga dari pelarut yang tidak bersifat korosi tersebut di atas dengan memakai penjepit baja tahan karat (stainless steel).

Gosoklah permukaan utama dengan butir-butir silikon karbid dengan memakai kapas halus.

Gosoklah searah sumbu panjang dari lempeng tembaga sampai ke ujung lempeng. Bersihkan debu logam dari permukaan lempeng tembaga dengan jalan menggosokkannya dengan kapas halus, sampai kapas tidak menjadi kotor.

Kalau lembaran tembaga telah bersih, segera rendam ke dalam contoh.

Prosedur :

— Letakkan lembaran tembaga yang sudah digosok ke dalam tabung reaksi yang bersih. Tuangkan contoh ke dalam tabung reaksi, sehingga lembaran tembaga

terendam. Panaskan segera sehingga mendidih di dalam penangas minyak atau air pada suhu di atas sedikit titik didih awal dari contoh. Biarkan mendidih selama 30 menit tanpa terjadi distilasi yang sebenarnya.

— Pemeriksaan lembaran tembaga

Segera angkat lembaran tembaga dengan memakai penjepit dari baja tahan karat (stainless steel) dari dalam contoh, dan rendam ke dalam pelarut yang tidak bersifat korosi. Kemudian angkat dan keringkan dengan memakai kertas saring kwantitatip.

Periksalah lembaran tembaga dengan membandingkan lembaran tembaga standar korosi.

Letakkan lembaran tembaga yang diperiksa dan lembaran tembaga yang diperiksa dan lembaran tembaga standar korosi, sedemikian rupa sehingga sinar yang dipantulkan membentuk sudut 45°.

Laporan :

— Laporkan korosi lembar tembaga (Copperstrip Corrosion) dari contoh isoheksana teknis sebagai penampaan dari lembaran tembaga test yang sama dengan lembaran tembaga standar korosi.

— Jika penampaan lembaran tembaga test berada diantara dua klasifikasi lembaran tembaga standar korosi, laporkan dengan mengambil patokan lembaran tembaga standar korosi yang lebih buram.

5.5. Doctor Test

5.5.1. Maksud pemeriksaan

Untuk mengetahui adanya mercaptan di dalam contoh.

5.5.2. Pembuatan pereaksi

— Larutkan 125 gram sodium hidroksida dalam 1 liter air.

Tambahkan 60 gram timbal oksida, kemudian dikocok selama 15 menit.

— Biarkan selama satu hari, kemudian diambil bagian yang bersih dengan menyaring memakai asbes atau gelas wool.

— Simpan dalam botol yang memakai tutup karet.

Tiap-tiap akan memakai, saring dulu jika kelihatan keruh.

5.5.3. Prosedur

— 10 ml contoh dimasukkan dalam tabung reaksi ukuran 25 ml, yang memakai tutup.

Tambahkan bubuk belerang sedikit, kocok selama 15 sekon lagi.

— Biarkan selama 2 menit, agar contoh dan pereaksi dapat terpisah.

5.5.4. Pengamatan

Reaksi positip (ada mercaptan) bila :

Warna contoh berubah atau warna kuning dari bubuk belerang tidak tampak terang atau kabur.

Reaksi negatip (tidak ada mercaptan) bila :

Warna contoh tidak berubah, dan bubuk belerang tetap berwarna kuning terang atau hanya sedikit kelabu, atau terdapat beberapa bintik-bintik hitam.

5.6. Kadar Senyawa Aromatik, % Vol

5.6.1. Peralatan

— Tabung gelas
— Alat penggetar
— Sinar ultra violet
— Sumber udara tekan.

5.6.2. Bahan

— Silika gel putih
— Iso propil alkohol
— Penunjuk pendar.

5.6.3. Prosedur

— Bersihkan lebih dulu kolom dengan aceton, dan keringkan dengan udara.
— Letakkan berdiri di atas alat penggetar, dan hidupkan alat itu.
— Isilah kolam dengan silika gel kira-kira 4 cm tingginya dari leher bagian bawah.
— Sesudah itu isilah dengan indikator kira-kira 4 mm.
— Isilah lagi dengan silika gel kira-kira 4 cm tingginya dari leher bagian atas.
— Tunggu selama 5 menit, supaya isi kolam memadat.
— Alat penggetar matikan, masukkan 0,75 cc contoh ke dalam kolom pakai pipet.

  Pada waktu memasukkan contoh, jangan sampai contoh berceceran mengenai dinding sebelah atas.
— Setelah pengisian selesai, tekan dengan udara dengan kekuatan 4 – 10 psi.
— Karena tekanan angin, maka bercampurlah gas mengalir ke bawah.

  Setelah melalui daerah alat pengukur, tepat pada angka 90, sorotlah dengan sinar ultra violet, untuk mengetahui adanya aromat.

  Aromat ditunjukkan dengan garis merah/coklat sampai biru yang paling terang.

  Olefin ditunjukkan dengan warna biru yang paling terang sampai kuning.

  Dan kita ukur % volume tiap memeriksa, mulai dari 90, 80, 70.

5.6.4. Perhitungan :

Aromatik % volume = La/L x 100%

Olefin % volume = Lo/L x 100%
Kepekatan % volume = Ls/L x 100%.

dimana :
La = panjang daerah aromat, mm
Lo = panjang daerah olefin, mm
Ls = panjang daerah pemekatan, mm, dan
L = jumlah dari La + Lo + Ls.

5.7. Penyulingan

5.7.1. Titik didih awal dan titik didih kering

5.7.1.1. Ketentuan

- Titik didih awal adalah suhu yang ditunjukkan oleh thermometer pada tetesan pertama hasil sulingan (kondensat) meninggalkan pendingin (kondensor).
- Titik kering adalah suhu yang ditunjukkan oleh thermometer penyulingan pada tetesan terakhir dari penguapan cairan. Cairan pada sisi tabung diabaikan.

5.7.1.2. Peralatan

- Alat-alat penyulingan
- Tabung penyulingan
- Sumber panas gas burner atau pemanas listrik
- Penerima : gelas ukur 100 ml dalam pembagian skala 1 ml, dan tinggi keseluruhan 250 — 260 ml.
- Thermometer.

5.7.1.3. Cara kerja

- Gunakan gelas ukur penerima, dan ukur contoh sebanyak 100 ± 0,5 ml.
- Pindahkan contoh langsung ke tabung didih, biarkan mengalir 15 — 20 sekon.
- Hubungkan tabung didih ke kondensor dalam posisi bahwa tabung didih ujungnya masuk kebagian produk yang bertingkat, paling sedikit 25 cm. Tetapi tidak meluas ke bawah tanda 100 ml. Jika titik didih awal dari contoh di bawah 70°C, celupkan silinder dalam bak yang transparan, dan pertahankan pada suhu 10 — 20°C selama penyulingan.
- Letakkan tutup yang datar ke bagian atas tabung silinder untuk mencegah air yang diembunkan dari pemasukkan ke tabung silinder.
- Atur panas yang masuk sehingga distilat berjalan pada kecepatan 4 — 5 ml per menit (kira-kira 2 tetes per sekon), dan gerakkan silinder penerima, sehingga ujung tabung kondensor menyentuh salah satu sisi silinder setelah tetesan pertama jatuh (titik didih awal).
- Koreksi barometer

  Koreksi setiap pembacaan penyimpangan tekanan

barometer dari normal dengan menambahkan secara aljabar, koreksi dapat dihitung sebagai berikut :

$$\text{Koreksi} = X\,(760 - P)$$

dimana :

K = kecepatan perubahan titik didih dengan tekanan, dalam derajat celcius per milimeter.

P = tekanan barometer dalam milimeter air raksa pada suhu standar . . . . . . C.

— Jika seluruh kisaran penyulingan contoh tidak melebihi 2°C, kombinasikan thermometer. Dan koreksi barometer dapat dibuat berdasarkan perbedaan antara 50% titik didih yang diamati dan titik didih yang sebenarnya 760 mm.

5.7.2. Titik nyala (cara Abel)

Prinsip

Contoh yang telah didinginkan masukkan dalam alat Abel, dan panaskan menurut kecepatan tertentu. Nyala api kecil diarahkan ke mangkok pada permukaan contoh pada saat-saat yang teratur, dan titik nyala dibaca pada suhu terendah pada saat api menyalakan gas yang berada di atas permukaan contoh di dalam mangkok.

Cara kerja :

a. Isi ruangan udara dengan air dingin setinggi 38,1 mm dan isi juga penangas dengan air dingin. Panaskan penangas air selama pemeriksaan, sehingga suhunya naik antara –17°C sampai –16,5°C.

b. Pasang thermometer, dan atur suhu penangas pada permulaan pemeriksaan.

c. Atur suhu contoh antara 0°C sampai 10°C

   Letakkan mangkok pada tempat yang datar, dan isi dengan contoh sampai tanda batas.

   Pasang tutup pada penangas. Pasang Abel Oil Cup Thermometer (tertulis pada thermometer) setepat-tepatnya.

d. Pasang api pencoba, dan atur besarnya ± 3,81 mm sampai selesai pemeriksaan.

e. Kalau suhu contoh sudah mencapai 19°C, arahkan nyala api ke permukaan contoh ± ¾ sekon.

f. Arahkan lagi nyala api tiap-tiap kenaikan suhu 0,6°C, sehingga tercapai titik nyala (pada waktu contoh menyala pada permukaannya dalam mangkok).

   Catat suhunya pada waktu contoh menyala.

Ketelitian :

Hasil dari pemeriksaan duplo tidak boleh berbeda dari 1,1°C.

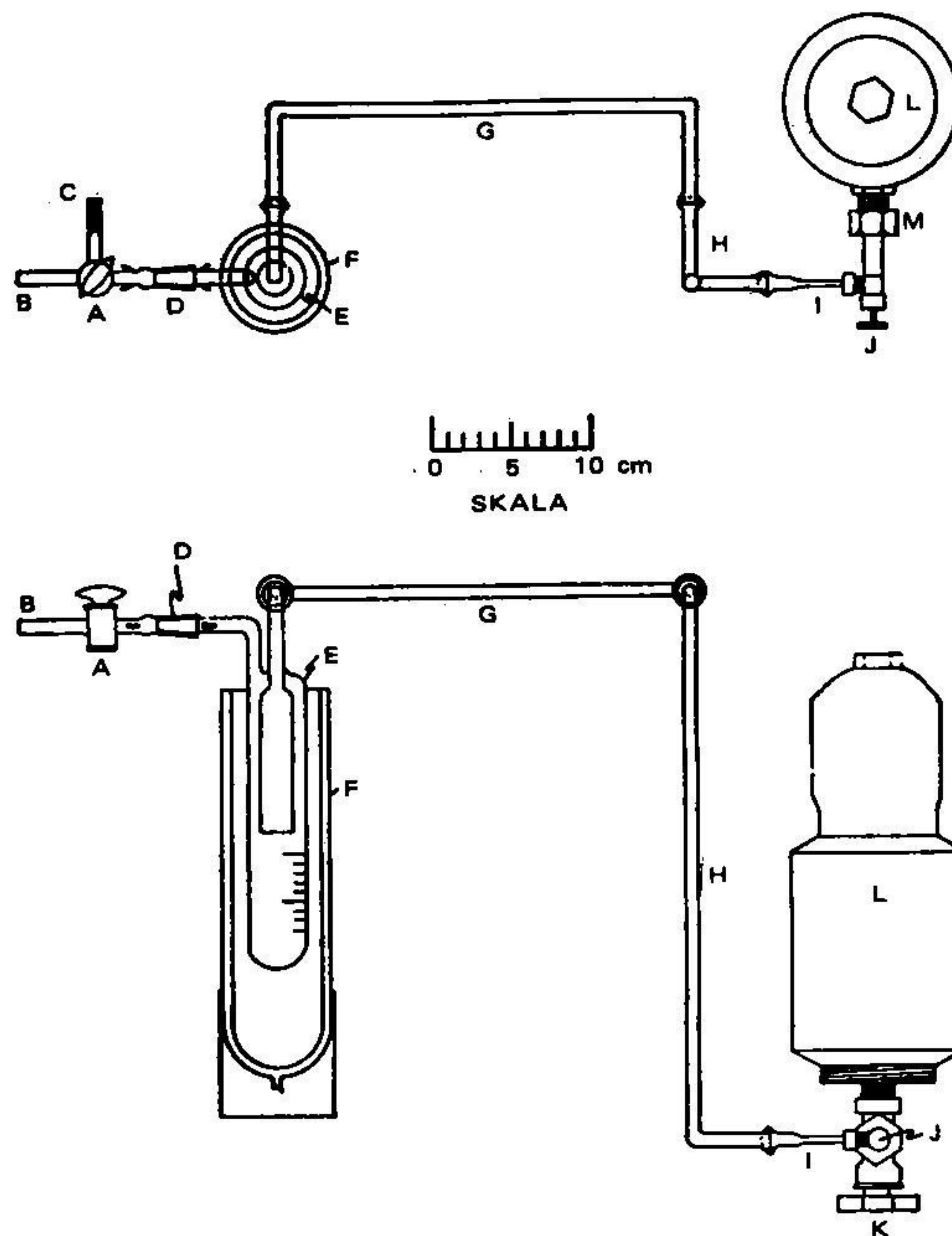
Tabel I

Penyimpangan Nilai Kemurnian

Kemurnian yang Dihitung (% molar)	Penyimpangan (% molar)
di atas 99,5	0,07
99,0 – 99,5	0,08
98 – 99	0,09
97 – 98	0,10
96 – 97	0,12
95 – 96	0,14

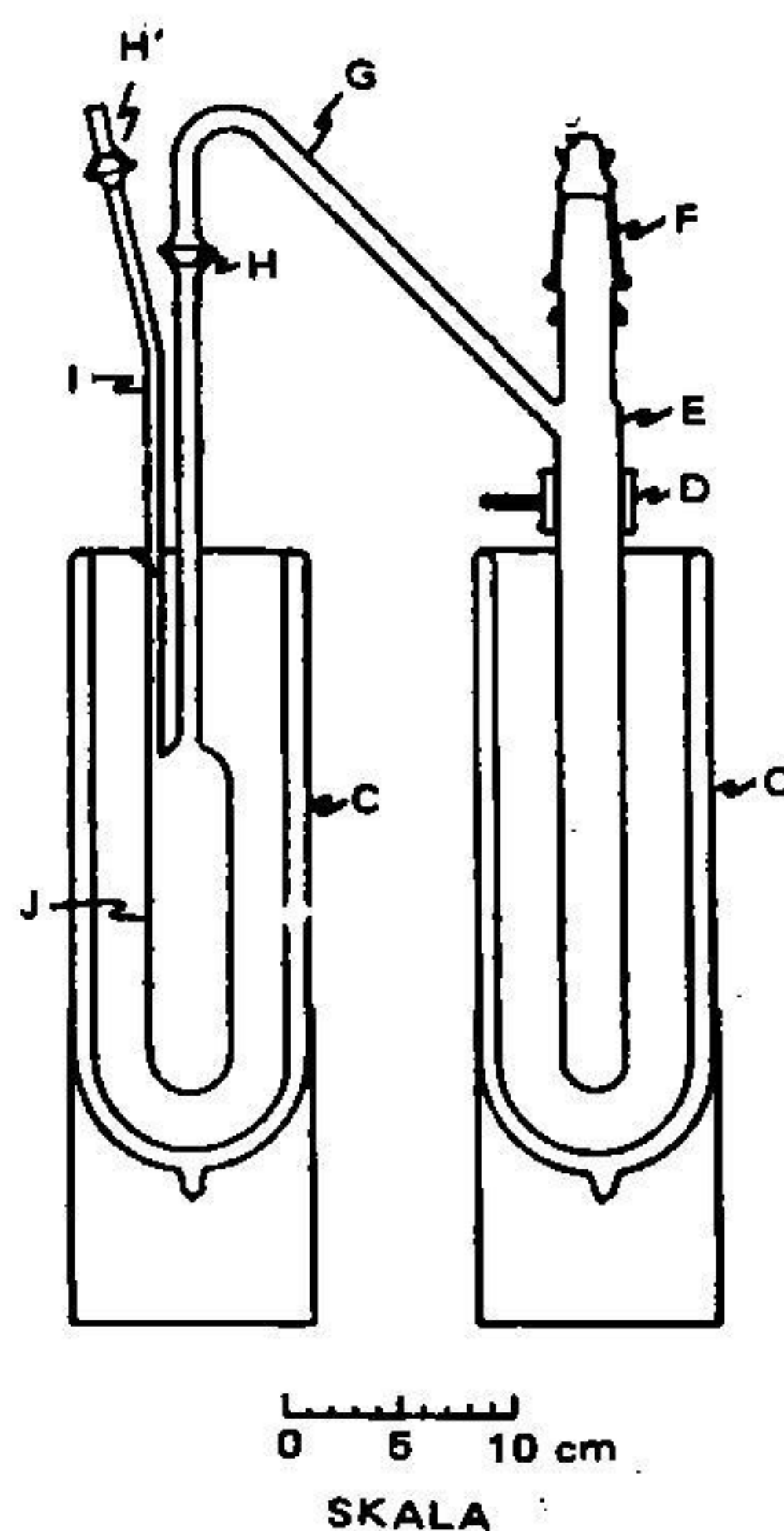
Tabel II

Ciri Lempeng Tembaga Standar Korosi

Klasifikasi	Penandaan	U r a i a n
Baru digosok	–	–
1	Sedikit buram	Jingga muda hampir sama dengan lempeng yang baru digosok.
2	Buram sedang	Merah anggur, lavender, multi warna dengan biru lavender dan/atau lapisan berwarna perak di atas merah anggur.
3	Buram gelap	Merah keungu-unguan di atas dasar kuning.
4	Korosi	Hitam transparant, abu-abu gelap atau coklat kehijau-hijauan, hitam grafit, hitam mengkilap.

Gambar 1

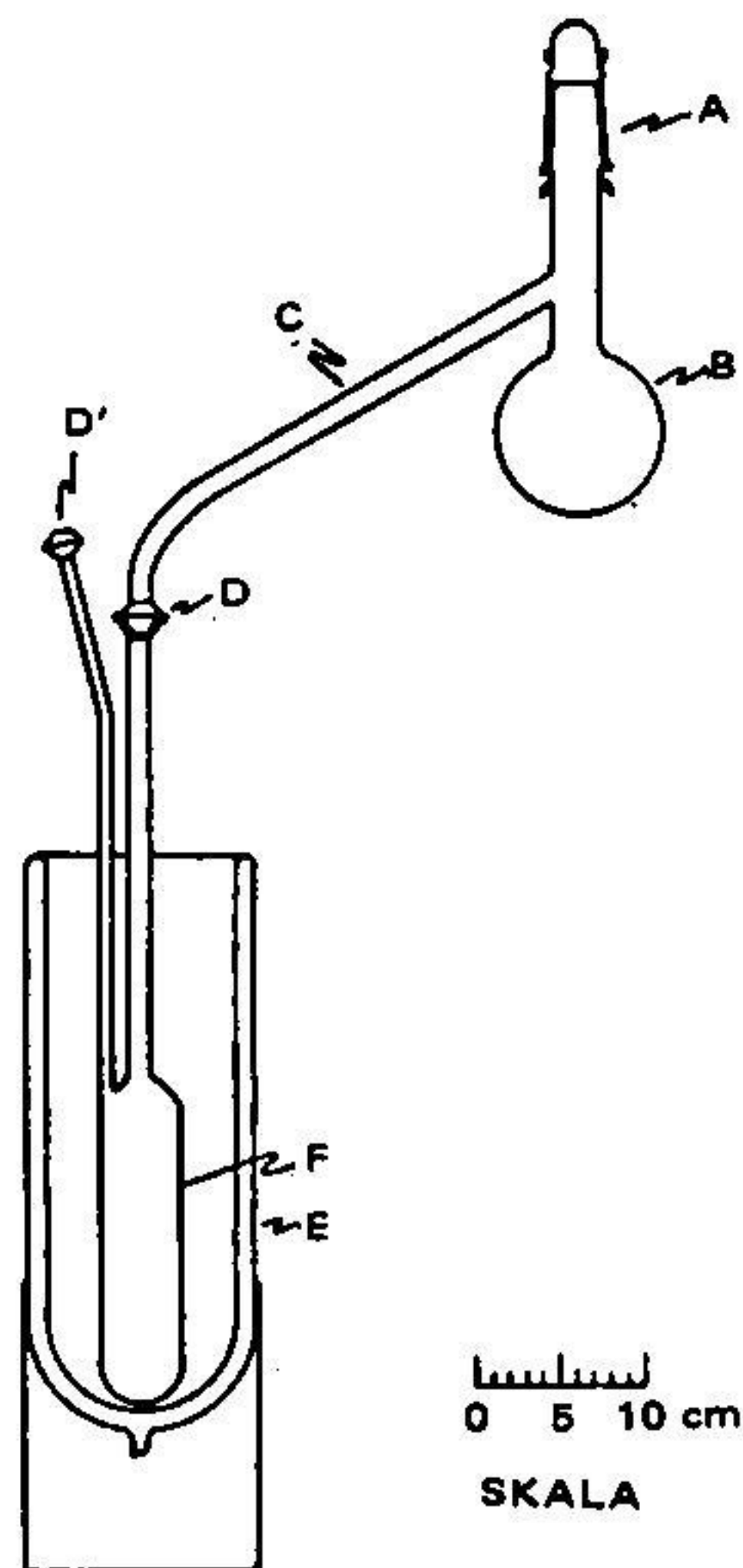
Peralatan untuk Mendapatkan Contoh

Keterangan :

A = Stip cock T tiga arah
B = Penghubung ke vakum untuk membersihkan dan mengosongkan
C = Pipa kapiler untuk pengeluaran, pada mana tabung pengering dihubungkan
D = Penghubung sumbu standar
E = Pipa kondensasi
F = Gelas dewar
G = Pipa dengan penghubung gelas berbentuk bulat
H = Pipa diameter luar sama dengan penghubung gelas dasar yang berbentuk bulat
I = Penghubung logam berbentuk loyang bulat pada salah satu ujung dan fitting untuk menghubungkan klep jarum pada ujung yang lain
J = Klep jarum
K = Klep pada silinder yang mengandung bahan hidro karbon
L = Silinder standar yang mengandung bahan hidro karbon
M = Fitting untuk menghubungkan klep jarum J pada klep K pada silinder

Gambar 2

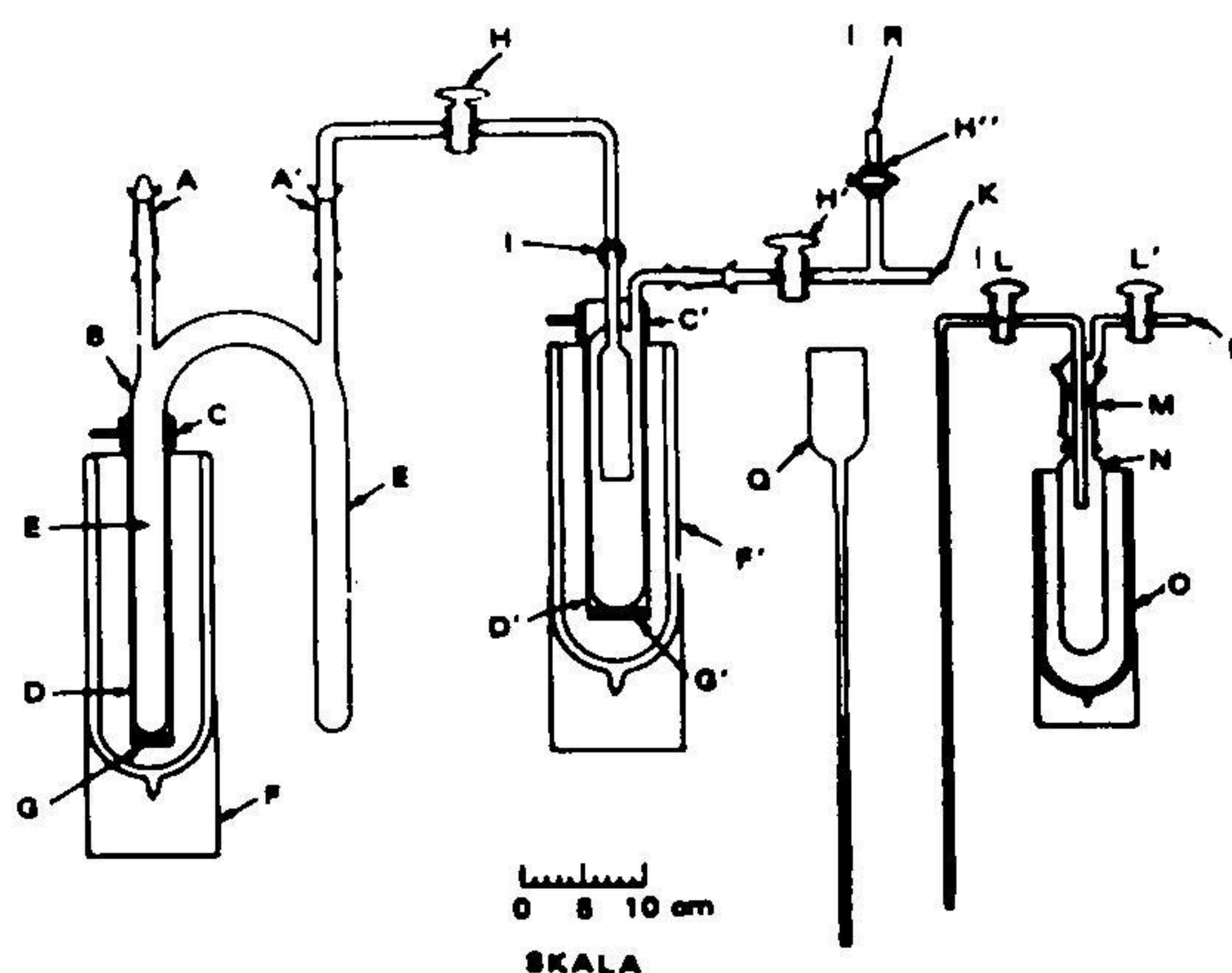
Peralatan Distillasi Sederhana untuk Substansi Gas Normal

Keterangan :

C = Tong Dewar
D = Klem
E = Pipa distillasi
F = Penghubung gelas dasar sumbu standar
G = Pipa
H, H' = Penghubung gelas dasar berbentuk bulat
I = Pipa
J = Penerima

Gambar 3

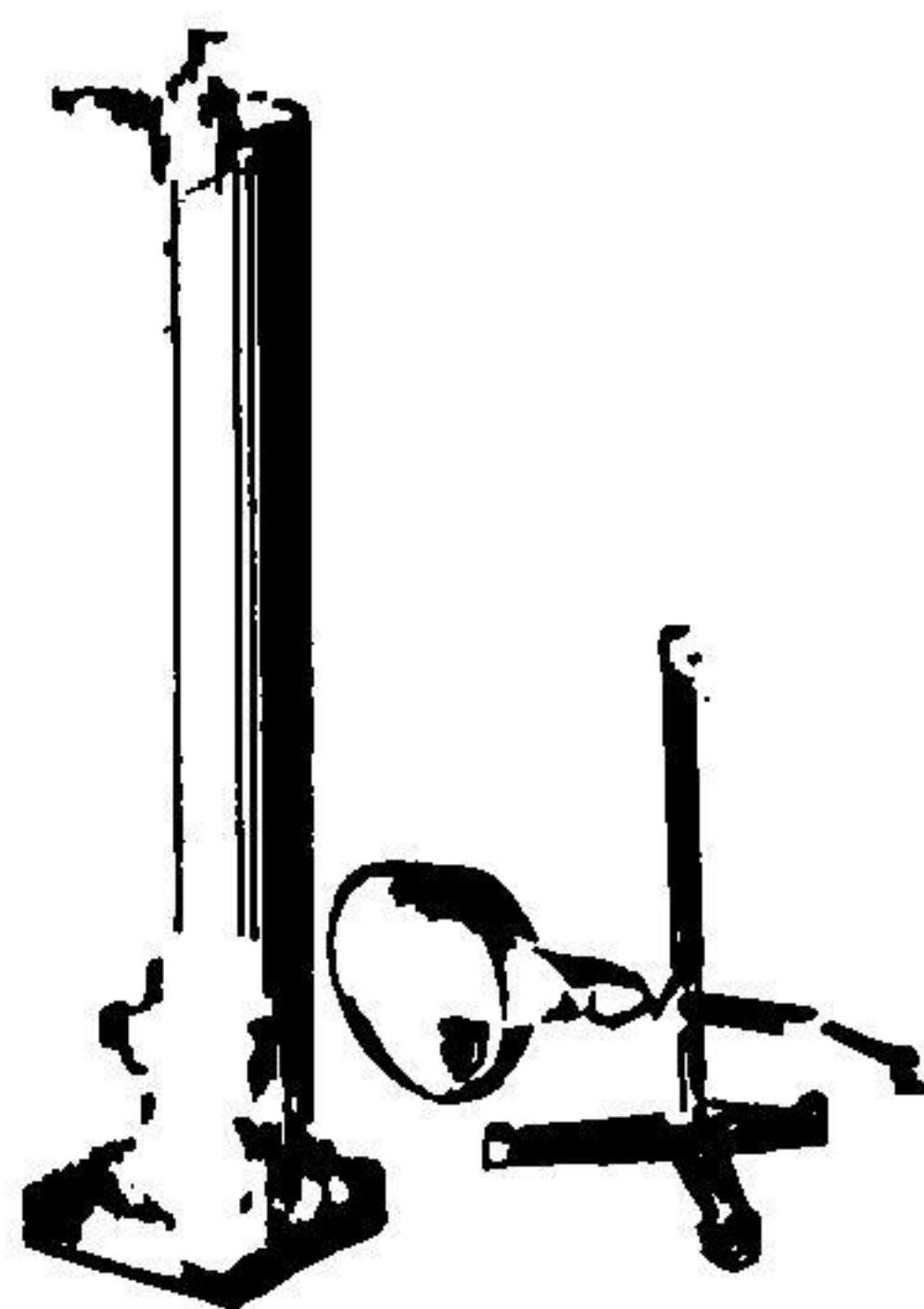
Peralatan Distillasi Sederhana untuk Substansi Cair yang Normal

Keterangan :

A = Sumbu standar
B = Gelas penyuling, bagian dasar buat
C = Pipa
D, D' = Sambungan gelas dasar berbentuk bola
E = Gelas Dewar
F = Penerima

Gambar 4

Peralatan untuk Distillasi Sederhana "Dalam Vakum"

Keterangan :

A, A' = Sumbu standar
B = Pipa
C, C' = Klem/penjepit
D = Silinder loyang
D' = Silinder kuningan
E = Contoh asli
E' = Contoh yang telah di distillasi
F, F' = Gelas Dewar
G dan G' = Pelapis asbestos
H, H', H'' = Stop cock
I = Sambungan gelas dasar berbentuk bulat
J = Pipa kondensi, digunakan sebagai penangkap
K = Penghubung untuk sistem vakum
L, L' = Stop cock
M = Sambungan gelas dasar sumbu standar
N = Penerima
O = Gelas Dewar
P = Penghubung pada vakum
Q = Corong
R = Penghubung untuk mengeringkan tabung

Gambar 5
Kromometer Saybolt dan Cahaya Buatan dari Lampu